

Primer Semestre 2025
Departamento de Química
Química Ambiental
Fundamentos en Química Orgánica

Reporte N°3



SEPARACIÓN Y PURIFICACIÓN DE UNA MEZCLA DE SÓLIDOS EN SOLUCIÓN.

Integrantes: Valentina Espindola, Amanda Rivera y Martin Opazo
Profesor: Dr. Marcelo Vilches H.
Profesor Colaborador: Dra. Susan Lühr S.
Ayudante: Cristobal Aguilera U.

i. Objetivo general y específicos

- **Objetivo general:** Emplear técnicas de laboratorio de separacion y purificacion de compuestos, mediante separación liquido-liquido de ácido-base, comprobación de separación de compuestos mediante cromatografía en capa fina y la comprobación de la purificación de la extracción mediante la toma de punto de fusión.

- **Objetivos específicos:** Como objetivos específicos se busca comprobar la purificación y extracción de compuestos. Identificar la separación de estos mediante la cromatografía en capa fina, tomando en cuenta la comparativa de una muestra patrón, realizar una extracción de sólidos mediante Rotavapor, además de lograr eliminar la mayor cantidad de residuos de acetato de etilo en la fase orgánica mediante el uso de sulfato de sodio anhidro, y realizar el cálculo de rendimiento de una reacción de recristalización de un compuesto en particular.

ii. Parte experimental

Para la separacion y purificacion de una mezcla de sólidos en solución, primero se realizó una extracción líquido-líquido con distintos valores de pH, para esto se empleó una mezcla homogénea de ácido benzoico, p-nitroanilina, antraceno y 2-naftol. Mediante un montaje experimental vertiendo la mezcla homogénea más una solución, acetato de etilo, reemplazando diclorometano, se hacen estas extracciones con empleo de ácido-base con distintas soluciones, una base NaOH 3M y una solución ácida, HCl 3M, esto para extraer los distintos compuestos de la mezcla homogénea, separándolos por fases, la fase orgánica es donde se encuentra un compuesto ya extraído, mientras que la fase acuosa es lo que se va residuando de cada extracción. Luego de la extracción, se realiza una cromatografía en capa fina con acetato hexano 4:1, para comprobar la separación de los compuestos. Durante media hora aproximadamente a la soluciones de fase orgánica, se les agrega sulfato de sodio anhidro, esto para absorber cualquier tipo de trasa restante de acetato de etilo, esto reemplazando el filtrado y secado al vacío.

Antes de seguir avanzando con otros procedimientos experimentales, se realiza una recristalizacoin de Ácido benzoico, con el fin de poder obtener su rendimiento, luego se llevan las extracciones a Rotavapor para obtener una muestra sólida de la mezcla homogénea separada previamente, entre esto se realiza una cromatografía en capa fina con una muestra patrón de dichos compuestos, tomando de comparación la extracción principal con acetato hexano 4:1, para visualizar la separación de la mezcla de compuestos. Como último punto de este práctico se realizó una toma de punto de fusión para ver la purificación de los compuestos, en este punto solo realizó la toma de punto de fusión de solo dos compuestos, p-nitroanilina y antraceno, esto debido a que al rotaevaporar ácido benzoico y el 2-naftol no se pudo obtener una extracción eficiente de estos.

iii. Resultados y Discusión

RESULTADOS

Tabla 1. Datos obtenidos de la recristalización de la muestra con sus respectivos puntos de fusión.

	Cantidad de producto (gramos)	Cantidad de producto recristalizado (gramos)	Punto de fusión experimental (°C)	Punto de fusión literatura (°C)
p-nitroanilina	0,39	-	149	149
Ác. benzoico	0,50	0,32	-	122
2-naftol	-	-	-	120-122
Antraceno	0,10	-	200	215

Observaciones:

Para determinar las cantidades de producto en nuestras muestras se llevó a cabo un proceso de pesaje. Inicialmente, se pesaron los balones vacíos correspondientes a cada muestra. En el caso de la p-nitroanilina, el balón vació presentó una masa de 59,13 g, mientras que al añadir la muestra se obtuvo un valor total de 59,52 g. Al realizar la sustracción, se obtuvo un balance de 0,339 g de p-nitroanilina. Por otro lado, en el caso del ácido benzoico y el 2-naftol se procedió a someterlos a un proceso de rotaevaporación. Sin embargo, a pesar de emplear las condiciones habituales de temperatura y presión, los procedimientos no arrojaron residuos cuantificables. Esto puede deberse, entre otros factores, a que dichas sustancias se volatilizaron completamente o que el método de rotaevaporación no resultó adecuado para retener la cantidad esperada de producto, lo que dificulta la determinación precisa de su masa final. Como alternativa, se utilizó una muestra previamente preparada de ácido benzoico (0,5 g) para proceder con su recristalización. Finalmente, para el antraceno se obtuvo una masa inicial del balón vació de 59,76 g, y tras incorporar la muestra, la masa total fue de 59,86 g, lo que indica que la cantidad efectiva de antraceno fue de 0,1 g. En general, se puede observar que las cantidades de producto recuperadas fueron bastante bajas, lo que podría estar influenciado tanto por las pérdidas inherentes en el proceso de rotaevaporación como por la naturaleza de los compuestos en estudio.

En el estudio de los puntos de fusión de dos compuestos químicos distintos p-nitroanilina y antraceno se observaron comportamientos diferenciados. La p-nitroanilina mostró un proceso de fusión gradual y lento. A una temperatura de 146°C, se comenzaron a percibir cambios sutiles en su coloración, pasando de un tono amarillo a uno más oscuro. Sin embargo, fue a 149°C que se pudo identificar claramente el punto de fusión, confirmando así su transición de fase. En contraste, el antraceno presentó un proceso de fusión inmediato. A 198°C se evidenciaron los primeros indicios del cambio, mientras que a 200°C el compuesto se encontraba completamente fundido, lo que sugiere una transición térmica más definida.

a. Rendimiento de la recristalización de ácido benzoico y cálculos.

Para recristalizar el ácido benzoico, se empleó agua como solvente debido a que su solubilidad aumenta significativamente a temperaturas elevadas. Este comportamiento permite la cristalización selectiva del compuesto puro al enfriar la solución, mientras que las impurezas solubles permanecen en la mezcla inicial. Los cristales obtenidos se separaron mediante filtración al vacío utilizando papel de filtro.
Finalmente, se masaron los cristales, obteniendo 0,32g.

Para calcular el rendimiento de la recristalización del ácido benzoico, se utiliza la siguiente ecuación, en la cual se reemplazan los valores obtenidos

$$Rendimiento = \frac{Masa\ de\ ácido\ benzoico\ \ recristalizada}{Masa\ inicial\ de\ ácido\ benzoico}\ x\ 100\% \Rightarrow \frac{0{,}32g}{0{,}5g}\ x\ 100\% = 64\%$$

Un rendimiento del 64% en la recristalización del ácido benzoico refleja una eficiente recuperación del producto, donde aproximadamente dos tercios del material inicial se obtuvieron en forma pura. Este resultado satisfactorio sugiere que se optimizaron adecuadamente factores como la cantidad de solvente empleado, el proceso de enfriamiento controlado y la técnica de filtración, minimizando pérdidas por adherencia a equipos o disolución residual en el líquido residual. No obstante, el 36% restante pudo perderse por solubilidad residual característica del proceso, pequeñas adherencias al material de laboratorio, o durante el lavado de los cristales con agua fría para eliminar impurezas.

b. Pureza y placas cromatográficas.

Se empleó cromatografía en capa fina (TLC) como criterio de pureza para los compuestos extraídos, ya que esta técnica permite distinguir componentes mediante sus diferencias de polaridad y distribución entre la fase estacionaria y móvil. Un compuesto puro se manifiesta como una única mancha homogénea al revelar la placa con luz UV, mientras que la presencia de impurezas se detecta por la aparición de manchas secundarias, proporcionando así una evaluación rápida y sensible de la pureza del producto.

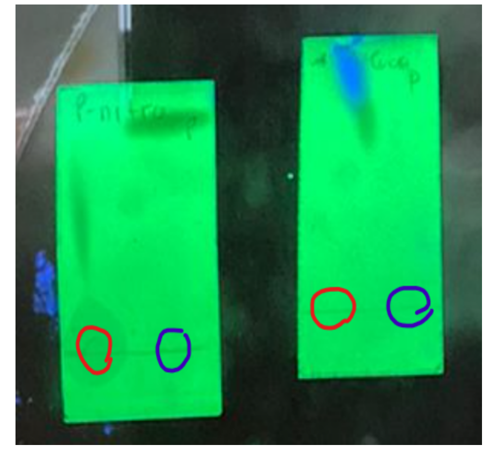


Figura 1. Placa cromatográfica de p-nitroanilina y antraceno

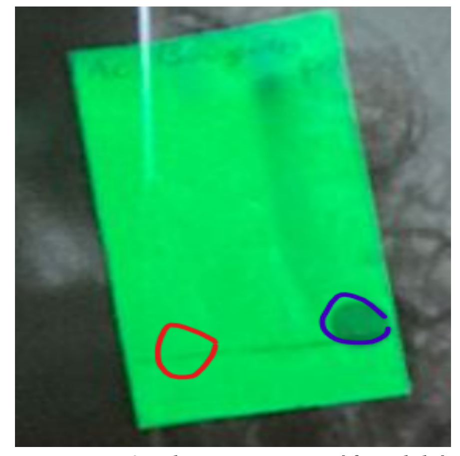


Figura 2. Placa cromatográfica del ácido benzoico

En las figuras 1 y 2, los círculos rojos indican donde se sembró los compuestos extraídos (sin haberlos rotaevaporado ni recristalizado), y los círculos azules indican donde se sembraron las muestras patrones. Se observaron dos problemas principales: primero, los patrones mostraron inconsistencias, lo que dificultó la comparación directa; segundo, los compuestos extraídos presentaron discrepancias en el revelado, ya que al no haber sido purificados previamente, exhibieron múltiples manchas correspondientes a impurezas y productos secundarios. Estos resultados resaltan la importancia de realizar procesos de purificación (como recristalización o rotavaporación) antes del análisis por TLC para obtener interpretaciones confiables.

Además de la cromatografía en capa fina, se utilizó el punto de fusión, ya que es un gran criterio de pureza porque los compuestos puros presentan un rango de fusión estrecho y característico (aprox 1-2°C). La comparación del punto de fusión experimental con valores reportados en la literatura permite verificar tanto la pureza como la identidad del compuesto..
Los puntos de fusión obtenidos para la p-nitroanilina (149°C) y el antraceno (200°C) presentan rangos estrechos en comparación con la literatura, lo que indica un buen grado de pureza en ambos compuestos. En el caso de la p-nitroanilina, el punto final coincide con el valor reportado en literatura (148-150°C). Por otro lado, el antraceno mostró una transición más definida (198-200°C), con un rango aún más estrecho que confirma su pureza, ya que su punto de fusión coincide exactamente con el valor teórico (200°C).

iv. Conclusiones

Los experimentos realizados permitieron verificar de manera directa el cumplimiento de los objetivos planteados, evidenciando tanto los aciertos como las áreas de mejora en el proceso de separación y purificación de compuestos. La aplicación de técnicas como la extracción líquido-líquido, rotaevaporación y recristalización condujo a productos de baja cantidad, pero con características definidas que permitieron su caracterización. Por ejemplo, la p-nitroanilina mostró un proceso de fusión gradual (de 146°C a 149°C), lo que se correlaciona con una buena pureza, mientras que el antraceno presentó una transición térmica abrupta (198°C a 200°C), reforzando la identificación de su naturaleza. Por otro lado, Los análisis por TLC revelaron impurezas en los compuestos extraídos (sin purificar) e inconsistencias en los patrones, destacando la necesidad de purificar las muestras previamente para una interpretación confiable de los resultados.

Los resultados demostraron la eficacia del proceso al obtener un 64% de rendimiento en la recristalización del ácido benzoico y verificar su pureza mediante múltiples técnicas. Sin embargo, se identificaron áreas críticas para mejorar, como la optimización de la rotaevaporación, que podría incrementar la recuperación de compuestos. El estudio subraya la necesidad de un control riguroso en todas las etapas del proceso y la utilidad de combinar métodos analíticos (punto de fusión y cromatografía) para garantizar la calidad y pureza de los productos obtenidos.